

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLORED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(51)

Int. Cl. 2:

C 04 B 35/54

C 04 B 39/12

C 25 D 3/54

C 25 D 5/50

C 25 D 5/54

G 01 N 21/54

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES



PATENTAMT

DE 28 26 943 A

(11)

Offenlegungsschrift 28 26 943

(21)

Aktenzeichen:

P 28 26 943.4

(22)

Anmeldetag:

20. 6. 78

(43)

Offenlegungstag:

7. 2. 80

(30)

Unionspriorität:

(32) (33) (31) —

(54)

Bezeichnung:

Verfahren zum Beschichten eines Formkörpers aus Grafit

(71)

Anmelder:

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, 7500 Karlsruhe

(72)

Erfinder:

Biel, Jürgen, 7504 Weingarten

(56)

Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht zu ziehende Druckschriften:

DE-PS 11 65 476

DE-PS 11 25 339

DE-PS 11 17 029

DE-AS 25 03 374

DE-AS 16 71 658

DE-OS 14 71 532

US 37 85 994

US 34 32 336

US 29 29 741

US 26 65 229

BEST AVAILABLE COPY

20.08.78

2826943

Kernforschungszentrum
Karlsruhe GmbH

Karlsruhe, d n 13. Juni 1978
PLA 47825 Hä/str

Patentanspruch

Verfahren zum Beschichten eines Formkörpers aus Grafit durch das auf dessen Oberfläche ein Belag aus einem Karbid oder einem Karbonitrid eines der Metalle Zirkon, Titan, Niob, Hafnium oder Vanadium hergestellt wird, dadurch gekennzeichnet, daß der Formkörper in eine wäßrig-saure Lösung eines Salzes des Metalls eingebracht und bei einer Badspannung von 3-8 Volt mit dem im Elektrolyten gelösten Metall beschichtet wird, daß der Formkörper nach einer Zeit von ein bis zwei Stunden dem Elektrolyten entnommen und mit reinem Wasser gespült wird, daß der Formkörper in ~~einen~~ Ofen eingebracht, in einer Schutzgasatmosphäre bei 380 bis 400 K getrocknet, mit einer Geschwindigkeit von 5 bis 20 K/sek auf eine Temperatur von 2500 bis 3300 K erhitzt wird. und daß der Formkörper auf dieser Temperatur 10 bis 30 sek gehalten wird.

2826943

-2-

Kernforschungszentrum
Karlsruhe GmbH

Karlsruhe, den 13. Juni 1978
PLA 7825 Hä/str

Verfahren zum Beschichten eines
Formkörpers aus Grafit

-1-

909886/0013

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Beschichten eines Formkörpers aus Grafit nach dem Oberbegriff des Patentanspruches.

Aus der US-Patentschrift 29 10 379 ist ein derartiges Verfahren bekannt, bei dem ein Formkörper aus Grafit in flüssiges Wismut eingetaucht wird und dabei in der Weise beschichtet wird, daß das Wismut in die poröse Oberfläche eindringt und dort nach dem Abkühlen festhaften kann. In dem Wismut sind die Metalle Zirkon, Hafnium und Titan mit einigen Gewichtsprozenten enthalten, so daß diese Metalle und/oder deren Karbide oder Nitride Bestandteile der Schicht an der Oberfläche des Grafitkörpers sind.

Der Nachteil dieses Verfahrens besteht darin, daß eine fest haftende Oberflächenbeschichtung nur dann realisierbar ist, wenn die Oberfläche des Grafitkörpers eine poröse Struktur besitzt.

Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren zu schaffen, das es ermöglicht, Grafitformkörper aus verdichtetem Grafit mit glatter und nur wenig poröser Oberfläche mit einer festhaftenden Oberflächenbeschichtung hoher Verschleißfestigkeit zu versehen.

Diese Aufgabe wird mit der Erfindung durch die im kennzeichnenden Teil des Patentanspruches beschriebenen Verfahrensschritte gelöst.

Die Vorteile des vorgeschlagenen Verfahrens bestehen insbesondere darin, daß unabhängig von der physikalischen Beschaffenheit der Oberfläche eines Formkörpers eine Verbindung zwischen der Oberfläche und der auf diese aufzubringenden Schicht hergestellt wird, die hohen mechanischen Anforderungen genügt.

Das Verfahren nach der Erfindung wird an einem Anwendungsbeispiel näher erläutert.

In der flammenlosen Atomabsorptionsspektroskopie werden Grafitrohr-

- 4 -

Küvetten benutzt, die in Abhängigkeit von dem zu analysierenden Element einem starken Verschleiß unterliegen. Die Lebensdauer einer unbeschichteten Küvette beträgt etwa 50 bis 250 Einzelbestimmungen. Diese Lebensdauer kann durch Beschichtung mit Pyrokohlenstoff nur in unbefriedigendem Umfang erhöht werden, wobei es außerdem nicht möglich ist, die Beschichtung mit gleichbleibender Qualität herzustellen.

Bei der Durchführung des vorgeschlagenen Verfahrens wird die Küvette in eine 2%-ige Lösung von $ZrCl_2$ in einer 5%-igen Salzsäure gebracht und mit einer Elektrode an den Minuspol einer Gleichspannungsquelle angeschlossen, deren Klemmenspannung 5 Volt beträgt. Die Anode wird von einem die Küvette umschließenden Netz oder Ring aus Platindraht gebildet. Die Küvette wird nach ca. 90 min dem Elektrolyten entnommen und mit destilliertem Wasser gespült. Das Trocknen der Küvette erfolgt nach dem Einspannen in die Ofenhalterung eines Atom-Absorptions-Spektroskops in einem strömenden Schutzgas bei 400 K. Am Ende des Trockenvorganges wird die Küvette mit einer Geschwindigkeit von 10 K/sek auf ca. 3000 K aufgeheizt und diese Temperatur ca. 30 sek gehalten.

Wenn die Belastbarkeit des Ofens diesen letzten Verfahrensschritt nicht zuläßt, kann das Konstanthalten der Höchsttemperatur während einer vorbestimmten Zeit auch ersetzt werden durch eine Wiederholung des Aufheizvorganges. Nach dem Abkühlen ist die Küvette einsatzbereit und erreicht eine Lebensdauer von ca. 500 bis 800 Einzelbestimmungen bei sehr guter Reproduzierbarkeit der Meßergebnisse. Der Variationskoeffizient beträgt $\pm 0,8\%$, bei mit Pyrokohlenstoff beschichteten Küvetten $\pm 2 \dots 3\%$.

-4-

909886/0013

DOCKET NO: GR 98-P 3052

SERIAL NO:

APPLICANT: Deland Rupp

LERNER AND GREENBERG P.A.

P.O. BOX 2480

HOLLYWOOD, FLORIDA 33022

TEL. (954) 925-1100